

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-132362

(43)公開日 平成5年(1993)5月28日

(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 4 B 35/58	1 0 4 U	8821-4G		
35/64	H	7305-4G		
H 0 5 K 1/03	B	7011-4E		

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全 4 頁)

(21)出願番号 特願平3-295985

(22)出願日 平成3年(1991)11月12日

(71)出願人 000000158

イビデン株式会社

岐阜県大垣市神田町2丁目1番地

(72)発明者 秋山 晋

岐阜県揖斐郡揖斐川町北方1の1 イビデ
ン 株式会社大垣北工場内

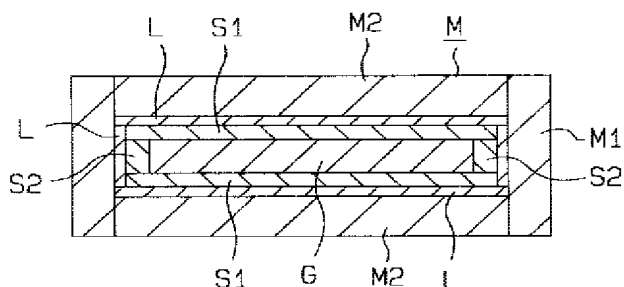
(74)代理人 弁理士 恩田 博宣

(54)【発明の名称】 窒化アルミニウム焼結体の製造方法

(57)【要約】

【目的】 酸化イットリウム等の焼結助剤を使用して180W/mk以上の高い熱伝動率を有する窒化アルミニウム焼結体を簡単にかつ確実に製造する方法を提供する。

【構成】 焼結助剤を添加することなく成形された窒化アルミニウムのセッターS₁、S₂の外表面に離型層Lを形成する。焼結助剤を含有する窒化アルミニウム製のグリーンシートGの周囲に各セッターS₁、S₂を配置する。この状態で各セッターS₁、S₂及びグリーンシートGをるつぽM内に配置してホットプレス焼成を施す。



【特許請求の範囲】

【請求項1】窒化アルミニウムを主成分とするとともに焼結助剤を含有するグリーンシート（G）を、窒化アルミニウムに焼結助剤を添加することなく成形されたセッター（S1，S2）によって包囲した状態で焼成することを特徴とする窒化アルミニウム基板の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は高い熱伝導率を備えた窒化アルミニウム焼結体を製造する方法に関する。

【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】従来、窒化アルミニウム基板を製造する場合、まず、酸化イットリウムからなる焼結助剤を含有した窒化アルミニウムによってグリーンシートGを成形する。このグリーンシートGの表面を、図2に示すように、窒化ホウ素粉末からなる層Lによって被覆した状態で、グリーンシートを炭素製のるつぼM内に配置する。そして、所定の温度にてホットプレス法によりグリーンシートGを焼成するという方法が知られている。

【0003】焼結前のグリーンシートには窒化アルミニウム及び酸化イットリウムの粒子が混在している。そして、焼成時には窒化アルミニウム粒子の粒界付近に、それらの共晶による液相（第2相、Y-A1-O相）が形成され、この共晶の形成が窒化アルミニウムの焼結には不可欠であることが知られている。

【0004】しかしながら、前記液相の形成量が多すぎると、窒化アルミニウムの熱伝導率が低下し、せいぜい170W/mk程度の焼結体が得られるのみであった。

【0005】

【課題を解決するための手段及び作用】本発明は上記の事情を考慮してなされたものであって、その目的は例えば、180W/mk以上の高い熱伝導率を有する窒化アルミニウム焼結体を簡単かつ確実に製造することが可能な方法を提供することにある。

【0006】上記の目的を達成するため、本発明では、窒化アルミニウムを主成分とするとともに焼結助剤を含有するグリーンシートを、窒化アルミニウムに焼結助剤を添加することなく成形されたセッターによって包囲した状態で焼成するようにしている。それにより、窒化アルミニウムの焼結に支障を来さない範囲で、焼結助剤と窒化アルミニウムとからなる余剰の液相がグリーンシートからセッターに吸収される。従って、高熱伝導率化を阻害する助剤中の特定成分が減少し、高い熱伝導率を有する窒化アルミニウム焼結体が簡単かつ確実に得られる。

【0007】上記のグリーンシートに含まれる焼結助剤は酸化イットリウムに代表される希土類金属の酸化物であることが望ましい。その理由は、窒化アルミニウム粉末表面のアルミナと容易に反応して液相を形成すること

ができるためである。

【0008】このセッターは窒化アルミニウムに焼結助剤を添加することなく成形される。焼結助剤が添加されていると、窒化アルミニウムの焼結時に前記液相を吸収できなくなるからである。このようなセッターとしては、窒化アルミニウム焼結体や、有機化合物系のバインダーを添加することにより形成された成形体等が使用可能である。

【0009】前記有機化合物系バインダーとしては、ポリアクリロニトリル系のものを使用することが有利である。その理由は、低温でも容易に分解されるため、グリーンシート内に炭素化合物が残留しないからである。

【0010】前記セッターは窒化アルミニウム製グリーンシートの形状に合わせて、2種類の形状に形成されることが望ましい。その一つをシート状に形成すれば、グリーンシートの表裏両面を覆うように密着して配置できる。二つ目を棒状に形成すれば、グリーンシートの四方を覆うようにその側面に密着して配置できる。その結果、グリーンシート全体をセッターによって包囲できる。尚、この場合のグリーンシートとしては既に脱脂工程を経たものが用いられる。

【0011】シート状のセッターの厚さは脱脂されたグリーンシートの厚さの10%～60%に設定され、好ましくは20%～40%であることが良い。その理由は、シート状セッターの厚さが前記範囲未満であると焼結体から滲出する第2相を十分に吸収することができないからである。一方、この厚さが前記範囲を越えると焼結体の寸法精度が悪くなってしまう。

【0012】また、棒状のセッターの厚さは脱脂されたグリーンシートのシート角の2%～20%に設定され、好ましくは4%～10%であることが良い。棒状セッターの厚さが前記範囲未満であると焼結体から滲出する第2相を十分に吸収することができず、前記範囲を越えると焼結体の寸法精度が悪くなる。

【0013】

【実施例及び比較例】以下、本発明を具体化した一実施例を図面に従って詳細に説明する。平均粒径が約1.5μmで酸素含有率が1.2重量%の窒化アルミニウム粉末1kgを用意する。それに対して、平均粒径が1.5μmの酸化イットリウム粉末50gと、ポリアクリロニトリル系バインダー110gと、トルエン2000mlとをボールミル中へ装入し、36時間混合した。その後、ドクターブレードによりシート状に成形し、更に、プレス機にて100mm角に型抜きしてグリーンシートGを得た。このグリーンシートGを酸化雰囲気下にて400℃、12時間加熱し、脱脂を行った。

【0014】次に、前記グリーンシートGの周囲に配置されるセッターについて説明する。このセッターの原料は、平均粒径が約1.5μmで酸素含有率が1.2重量%の窒化アルミニウム粉末1kgと、平均粒径が1.5

μm の酸化イットリウム粉末40gと、ポリアクリロニトリル系バインダー5gと、エタノール1600mlとからなる。これらをボールミル中へ装入し、12時間混合した後、スプレードライを施して顆粒を形成した。この顆粒を適量採取した後に、一軸プレス及びラバープレスにてシート状及び棒状に成形し、2種類のセッターS1、S2を作成した。尚、セッターS1の厚さは脱脂されたグリーンシートGの厚さの30%とし、セッターS2の厚さは脱脂されたグリーンシートGのシート角の5%とした。その後、窒素雰囲気下にて1600℃、1時間加熱して、各セッターS1、S2を脱脂した。

【0015】一方、図1に示すように、グリーンシートGを焼成するためのるつぼMは、円筒状の本体M1と、その本体M1の上下の開口内に配置される円板状の蓋M2とを備える。この本体M1及び蓋M2はそれぞれ炭素により焼成されている。各セッターS1、S2の外側面には予め窒化ホウ素粉末を塗布することにより離型層Lが形成される。そして、2枚のシート状セッターS1の内側面間に、前記グリーンシートGを挟持すると共に、グリーンシートGの各側面に沿って棒状セッターS2を配置し、シートG全体をセッターS1、S2で覆う。その後、離型層LがるつぼMの内面側に位置するように、グリーンシートG及び各セッターS1、S2を前記るつぼM内に配置し、窒素雰囲気下にて1870℃で、5時間にわたり、ホットプレス法により焼成した。

10

20

*

*【0016】焼成後、各セッターS1、S2を取り除き、窒化アルミニウム焼結体を得た。そして、このグリーンシートGの表面に化学メッキ若しくはスパッタリング等を施して、所定の導体回路パターンを形成すれば、単層の窒化アルミニウム基板が得られる。

【0017】上記のようにして製造した実施例1の窒化アルミニウム焼結体の組成及び熱伝導率を表1に示す。また、実施例2では、酸化イットリウム粉末の配合量のみを30gに変更してグリーンシートGを成形した後、前記実施例1の製造方法に従ってグリーンシートGを焼成した。更に、実施例3では、グリーンシートGの焼成温度のみを1850℃に変更し、後は前記実施例1の製造方法に従った。以下に、各実施例1～3に対する比較例について説明する。

【0018】比較例1ではセッターS1、S2の厚さをそれぞれ表1のように変更すると共に、比較例2ではグリーンシートGの焼成温度を1800℃に変更した。そして、この変更以外については前記実施例1の製造方法に従った。また、比較例3では実施例1において使用したグリーンシートGの焼成を、セッターS1、S2を用いない従来の製造方法にて行った(図2参照)。実施例2、3及び比較例1～3の組成及び熱伝導率を前記表1に併せて示す。

【0019】

【表1】

	実施例 1	実施例 2	実施例 3	比較例 1	比較例 2	比較例 3
セッターS1の厚さ (%) …※1	30	30	30	30	5	30
セッターS2の厚さ (%) …※2	5	5	5	5	2	5
焼成温度 (℃)	1870	1870	1850	1870	1870	1800
Y ₂ O ₃ 添加量 (%)	5	3	5	5	5	5
熱伝導率 (W/mK)	210	195	200	181	178	170
焼結体の元素含有率 (重量%)						
アルミニウム	65.28	65.08	65.17	64.72	64.63	64.32
イットリウム	0.61	0.42	0.75	1.09	1.15	2.15
窒素	33.44	33.60	33.64	33.14	33.07	32.03
酸素	0.67	0.92	0.44	1.05	1.15	1.50

※1：脱脂後のグリーンシートの厚さに対する百分率を示す。

※2：脱脂後のグリーンシートのシート角に対する百分率を示す。

【0020】上記の結果から明らかなように、各実施例1～3では焼結助剤を含まない窒化アルミニウム製シートをセッターS1、S2として使用したことにより、比較例3よりも窒化アルミニウム焼結体中の液相、即ちイ※50

※ットリウム及び酸素の量が減少した。これは、酸化イットリウムと窒化アルミニウムとからなる液相がセッターに吸収されたことによると推察される。上記酸素含有量の減少により、熱伝導率が200W/mK前後という極

5

めて好適な焼結体を得られた。また、比較例1，2でもセッターS1，S2を使用しない比較例3より熱伝導率の向上は見られたが、各実施例ほど好適な熱伝導性を確保することはできなかった。

【0021】

【発明の効果】以上詳述したように、本発明の窒化アルミニウム基板の製造方法によれば、窒化アルミニウム製グリーンシートの周囲に、焼結助剤を含有しないセッターを配置して焼成を行った場合に、高い熱伝導率を備えた窒化アルミニウム焼結体を簡単かつ確実に得ることが

6

できるという優れた効果を奏する。

【図面の簡単な説明】

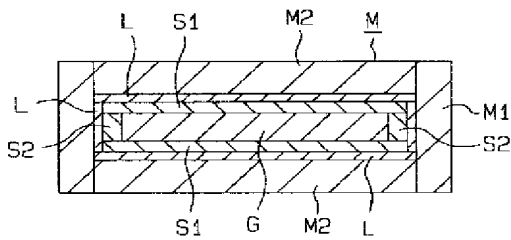
【図1】 実施例1におけるグリーンシート、セッター及びるつぼを示す断面図である。

【図2】 従来の窒化アルミニウム焼結体の製造方法を説明するための断面図である。

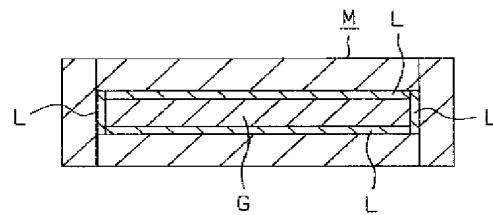
【符号の説明】

G (窒化アルミニウム製の) グリーンシート、S1，S2 セッター。

【図1】



【図2】



PAT-NO: JP405132362A
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 05132362 A
TITLE: PRODUCTION OF ALUMINUM
NITRIDE SINTERED COMPACT
PUBN-DATE: May 28, 1993

INVENTOR-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
AKIYAMA, SUSUMU	

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
IBIDEN CO LTD	N/A

APPL-NO: JP03295985
APPL-DATE: November 12, 1991

INT-CL (IPC): C04B035/58 , C04B035/64 ,
H05K001/03

ABSTRACT:

PURPOSE: To readily produce an aluminum nitride sintered compact having a high thermal conductivity of $\geq 180\text{W/mk}$ without fail by using a sintering assistant such as yttrium oxide.

CONSTITUTION: A release surface(L) is formed on the outer surface of aluminum nitride setters (S1) and (S2) molded without using a sintering

assistant. The respective setters (S1) and (S2) are arranged around a sintering assistant-containing aluminum nitride green sheet (G). The respective setters (S1) and (S2) and the green sheet (G) are put in a crucible (M) in this state and hot- pressing sintering is carried out.

COPYRIGHT: (C)1993,JPO&Japio